



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁵ : G01N 27/18	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 92/06369 (43) Date de publication internationale: 16 avril 1992 (16.04.92)
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR91/00744</p> <p>(22) Date de dépôt international: 24 septembre 1991 (24.09.91)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 90/12038 28 septembre 1990 (28.09.90) FR</p> <p>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE (INRA) [FR/FR]; 147, rue de l'Université, F-75341 Paris Cédex 07 (FR).</p> <p>(72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): BELLON, Jean-Luc [FR/FR]; 1 bis, ruelle des Néfliers, F-91620 Ville-du-Bois (FR). DULAC, Alain [FR/FR]; 8, rue Delambre, F-75014 Paris (FR). CERF, Olivier [FR/FR]; 314, rue S.-Jacques, F-75005 Paris (FR).</p>	<p>(74) Mandataire: PHELIP, Bruno; Cabinet Harlé & Phélip, 21, rue de La Rochefoucauld, F-75009 Paris (FR).</p> <p>(81) Etats désignés: AT (brevet européen), AU, BE (brevet européen), CA, CH (brevet européen), DE (brevet européen), DK, DK (brevet européen), ES (brevet européen), FI, FR (brevet européen), GB (brevet européen), GR (brevet européen), IT (brevet européen), JP, LU (brevet européen), NL (brevet européen), SE (brevet européen), US.</p> <p>Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale. Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si de telles modifications sont reçues.</i></p>	
(54) Title: METHOD FOR DETECTING STATUS CHANGES OF A LIQUID OR GELLED MEDIUM AND SENSOR DEVICE FOR IMPLEMENTING SUCH METHOD		
(54) Titre: METHODE DE DETECTION DES CHANGEMENTS D'ETAT D'UN MILIEU LIQUIDE OU GELIFIE ET DISPOSITIF CAPTEUR POUR LA MISE EN ŒUVRE DE CETTE METHODE		
(57) Abstract		
<p>The invention relates to a method for the detection of status changes of a liquid or gelled medium wherein the difference in phase between a low frequency rectified sinusoidal current supplying a resistance probe placed in the medium and the output signal of said probe to provide an indication of the status change in the medium. The invention also relates to a detection device for implementing such method.</p>		
(57) Abrégé		
<p>L'invention est relative à une méthode de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié selon laquelle on mesure le déphasage entre un courant sinusoïdal basse fréquence redressé alimentant une sonde de résistance placée dans le milieu et le signal de sortie de ladite sonde pour délivrer une information indicative du changement d'état du milieu. L'invention est également relative à un dispositif de détection pour la mise en œuvre de cette méthode.</p>		

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	ES	Espagne	MG	Madagascar
AU	Australie	FI	Finlande	ML	Mali
BB	Barbade	FR	France	MN	Mongolie
BE	Belgique	GA	Gabon	MR	Mauritanie
BF	Burkina Faso	GB	Royaume-Uni	MW	Malawi
BG	Bulgarie	GN	Guinée	NL	Pays-Bas
BJ	Bénin	GR	Grèce	NO	Norvège
BR	Brésil	HU	Hongrie	PL	Pologne
CA	Canada	IT	Italie	RO	Roumanie
CF	République centrafricaine	JP	Japon	SD	Soudan
CG	Congo	KP	République populaire démocratique de Corée	SE	Suède
CH	Suisse	KR	République de Corée	SN	Sénégal
CI	Côte d'Ivoire	LJ	Liechtenstein	SU+	Union soviétique
CM	Cameroun	LK	Sri Lanka	TD	Tchad
CS	Tchécoslovaquie	LU	Luxembourg	TC	Togo
DE	Allemagne	MC	Monaco	US	Etats-Unis d'Amérique
DK	Danemark				

+ Toute désignation de "SU" produit ses effets dans la Fédération de Russie. On ignore encore si une telle désignation produit ses effets dans les autres Etats de l'ancienne Union soviétique.

Méthode de détection des changements d'états d'un milieu liquide ou gélifié et dispositif capteur pour la mise en oeuvre de cette méthode

La présente invention a pour objet une méthode de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié, par exemple les phénomènes de gélification d'un fluide liquide ou de liquéfaction d'un gel.

5 L'invention concerne également un dispositif de détection des changements d'état d'un fluide liquide en voie de gélification ou de liquéfaction. Cette invention s'applique particulièrement aux industries alimentaires.

10 On sait qu'un objectif de l'industrie laitière est d'optimiser le temps de décaillage, c'est-à-dire le moment où le coagulum, obtenu à partir d'un mélange de lait et d'agent coagulant, est séparé en d'une part, le caillé et d'autre part, le lactosérum. Cette optimisation peut être obtenue notamment en caractérisant les agents coagulants à partir d'un
15 même lait (lait modèle).

On peut utiliser la méthode de Berridge, (méthode normalisée J.O. du 20 Mars 1981) selon laquelle on place dans trois tubes différents un mélange identique de lait et d'agent coagulant, ces tubes étant disposés dans un bain-marie à 30°C
20 et animés d'un mouvement de rotation de 3 t/mn. On observe alors, pour chaque tube, le moment où des flocons apparaissent sur les parois et on calcule ainsi un temps moyen qui est appelé temps de floculation visible (Tfv).

Cette méthode repose sur l'acuité visuelle de
25 l'expérimentateur et les industriels souhaitent disposer d'un appareil automatique.

Ainsi, dans le document EP-A-0144443, on a décrit un procédé d'application du principe de l'anémométrie à fil chaud pour suivre la coagulation du lait. Cette méthode permet de
30 façon plus générale de suivre une transition liquide-gel dans des conditions isothermes. En fait, de l'énergie est apportée au milieu initialement liquide sous forme de chaleur au moyen d'un fil de platine qui est alimenté par un courant continu et constant, après quoi on réalise la mesure de la température de
35 ce fil. Dans le milieu liquide, la convection naturelle

conduit à un équilibre des transferts thermiques entre le fil et le produit de sorte que la température du fil est stable, mais supérieure à celle du liquide. Si le milieu se coagule ou se gélifie, le changement de structure de ce milieu s'accompagne d'un changement de régime thermique avec passage de la convection naturelle à la conduction. Ceci se traduit par une augmentation de la température du fil de platine, ce qui correspond à une modification du coefficient de transfert de chaleur dans le milieu puisque la conductivité thermique de ce dernier reste constante.

La méthode et le dispositif décrits dans le document EP-A-0144443 détectent les changements d'état du milieu, grâce à la mesure des variations de la température du fil d'une sonde. Cette mesure est réalisée à partir de celle de la tension aux bornes du fil, ce fil étant alimenté par un courant continu constant. Le moment où intervient le changement d'état du milieu est associé à l'instant ($T_i \theta$) correspondant au point d'inflexion de la courbe de température en fonction du temps.

Une expérience a été réalisée en suivant la méthode de Berridge décrite précédemment, une sonde similaire à celle décrite dans le document EP-0144443 étant placée dans un des trois tubes et animée du même mouvement de rotation que le tube de façon à éliminer tout mouvement relatif entre la sonde et le tube. Cette sonde étant alimentée par un courant continu, la courbe de réponse en température présente un point d'inflexion. On a pu constater que le moment ($T_i \theta$) auquel intervient le point d'inflexion correspond au temps de floculation visible (T_{fv}) déterminé à partir de l'observation des deux autres tubes.

Cependant, on souhaite simplifier le dispositif en ne faisant plus tourner ni la sonde ni le tube. Dans ce cas, on constate que le temps de floculation visible (T_{fv}) se situe avant l'instant ($T_i \theta$) associé au point d'inflexion de la courbe de température.

Il apparaît alors nécessaire, dans ce cas, de disposer d'une autre information permettant de déterminer, de façon plus précise, le temps de floculation visible, toujours par l'intermédiaire d'un dispositif automatique.

5 La méthode de détection de changements d'état selon l'invention utilise la mise en évidence d'un renseignement exploitable sur le temps de prise à partir de la mesure du déphasage de la réponse d'une sonde alimentée par un courant sinusoïdal basse fréquence. Il apparaît en effet que le moment
10 où intervient le changement d'état du milieu correspond sensiblement à l'instant (T_{IR}) associé au point d'inflexion de la courbe de déphasage ou de retard (R).

15 Ainsi, l'invention concerne une méthode de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié selon laquelle on mesure le déphasage entre un courant sinusoïdal basse fréquence redressé alimentant une sonde de résistance placée dans le milieu et le signal de sortie de ladite sonde pour délivrer une information indicative du changement d'état du milieu.

20 L'invention est aussi relative à un dispositif de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié comprenant une sonde alimentée, par l'intermédiaire d'un générateur, par un courant sinusoïdal basse fréquence redressé et une unité de mesure de la tension connectée d'une
25 part, aux bornes de la sonde et d'autre part, à une unité de traitement électro-informatique.

Selon la présente invention, on utilise avantageusement une sonde à fil de platine.

30 Les essais réalisés avec une sonde placée dans un tube, la sonde et le tube étant fixes, ont permis de déduire que le temps de floculation visible (T_{fv}) se situait après l'instant associé au point d'inflexion de la courbe de déphasage (R).

35 Il est donc apparu intéressant d'associer la méthode de détection de changements d'état selon l'invention à la

méthode décrite dans le document EP-A-0144443 pour déterminer de façon automatique deux valeurs se situant de part et d'autre du temps de floculation visible (Tfv) normalement détecté par un expérimentateur humain et obtenir ainsi une
5 bonne approximation de sa valeur.

L'invention est donc aussi relative à une méthode de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié selon laquelle on apporte de l'énergie sous forme de chaleur au milieu au moyen d'une première sonde, alimentée par
10 un courant continu et constant, et qui délivre un signal indicatif de la température de cette première sonde, ce signal fournissant une première information indicative du changement d'état du milieu, caractérisée en ce qu'on mesure le déphasage entre un courant sinusoïdal basse fréquence redressé,
15 alimentant une deuxième sonde et le signal de sortie de ladite deuxième sonde pour délivrer une deuxième information indicative du changement d'état du milieu, ces deux informations étant utilisées pour déterminer le moment où se produit le changement d'état du milieu.

Ainsi, l'invention est aussi relative à un dispositif de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié comprenant une première sonde alimentée, par l'intermédiaire d'un premier générateur, par un courant continu et constant, et une première unité de mesure de la
20 tension connectée d'une part, aux bornes de la première sonde et d'autre part, à une unité de traitement électro-informatique, caractérisé en ce qu'il comprend de plus une deuxième sonde alimentée, par l'intermédiaire d'un deuxième générateur, par un courant alternatif basse fréquence redressé
25 et une deuxième unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de ladite deuxième sonde et d'autre part, à ladite unité de traitement électro-informatique.

Il est avantageux d'alimenter la première sonde, non pas par un courant continu et constant, mais par un courant
30 alternatif haute fréquence. Ceci permet d'obtenir un filtrage

discriminatoire du signal délivré par la première sonde et assure une plus grande précision dans la mesure de la température. Ceci permet de plus de simplifier les opérations effectuées par l'unité de traitement.

5 Ainsi, l'invention est aussi relative à une méthode de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié selon laquelle on apporte de l'énergie sous forme de chaleur au moyen d'une première sonde qui délivre un signal indicatif de la température de cette première sonde, ce signal
10 fournissant une première information indicative du changement d'état du milieu, caractérisée en ce que ladite première sonde est alimentée par un courant alternatif haute fréquence et en ce qu'on mesure le déphasage entre un courant sinusoïdal basse
15 fréquence redressé alimentant une deuxième sonde et le signal de sortie de ladite deuxième sonde pour délivrer une deuxième information indicative du changement d'état du milieu, ces deux informations étant utilisées pour déterminer le moment où se produit le changement d'état du milieu.

 L'invention est également relative à un dispositif de
20 détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié comprenant une première sonde alimentée en courant par l'intermédiaire d'un premier générateur, et une première unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de la première sonde et d'autre part, aux bornes d'une unité de
25 traitement électro-informatique, caractérisé en ce que ledit premier générateur délivre un courant alternatif haute fréquence et en ce que ledit dispositif comprend de plus une deuxième sonde alimentée, par l'intermédiaire d'un deuxième générateur, par un courant alternatif basse fréquence redressé
30 et une deuxième unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de ladite deuxième sonde et d'autre part, à ladite unité de traitement électro-informatique.

 Cependant, dans le domaine des industries
35 alimentaires d'une part, la condition d'isothermie n'est jamais parfaitement réalisée et d'autre part, plusieurs cas de

gélification ou de coagulation sont associés à une variation de température, par exemple la gélification de la gélatine, des polysaccharides, et plus généralement la fabrication des sauces et des confitures, de même que la coagulation à chaud d'un lait emprésuré à froid et autres. Dans les cas exposés ci-dessus, les perturbations apportées par la variation de température ne permettent pas au dispositif décrit dans le document EP-0144443 de mettre en évidence le phénomène de coagulation. C'est pourquoi la demande de brevet FR-2626371 divulgue une méthode d'étude et de contrôle des phénomènes de gélification d'un fluide liquide ou de liquéfaction d'un gel ayant pour objet de prendre en compte les variations de température du milieu susceptible d'être coagulé ou gélifié et d'utiliser ces caractéristiques pour obtenir une information uniquement relative aux phénomènes de coagulation stricto-sensu.

Selon cette méthode, on réalise la mesure de la température du milieu au moyen d'une première sonde délivrant un premier signal, tout en apportant audit milieu de l'énergie sous forme de chaleur au moyen d'une seconde sonde suffisamment éloignée de la première sonde pour ne pas perturber cette dernière par des variations de température, cette seconde sonde délivrant un signal correspondant à sa température, après quoi l'on traite après amplification et correction, les signaux émis par les sondes dans une unité de traitement électro-informatique en se servant du signal de mesure de la température du milieu pour corriger le signal fourni par la seconde sonde de grandeur thermique, de sorte que l'information contenue dans le signal soit relative aux phénomènes de coagulation stricto-sensu.

Le dispositif plus particulièrement destiné à la mise en oeuvre de la méthode précitée est caractérisé par l'association d'une première sonde assurant la mesure de la température du fluide liquide et d'une seconde sonde destinée à apporter l'énergie sous forme de chaleur au milieu. Ces deux

sondes sont alimentées par des courants continus et constants de faible valeur et délivrent des signaux qui sont transférés, après amplification et correction, à une unité de traitement électro-informatique.

5 L'invention est donc aussi relative à une méthode de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié selon laquelle:

- on mesure la température du milieu au moyen d'une première sonde, alimentée en courant continu constant, et
10 délivrant un premier signal indicatif de la température de ce milieu,

- on apporte de l'énergie sous forme de chaleur au milieu au moyen d'une deuxième sonde, alimentée par un courant continu et constant et qui délivre un deuxième signal
15 indicatif de la température de cette deuxième sonde,

- on combine les deux signaux précités dans un étage correcteur qui corrige le signal délivré par la deuxième sonde en tenant compte du signal délivré par la première sonde pour délivrer une première information, strictement indicative du
20 changement d'état du milieu, caractérisée en ce que:

-on mesure le déphasage entre un courant sinusoïdal basse fréquence redressé, alimentant une troisième sonde et le signal de sortie de ladite troisième sonde, pour délivrer un troisième signal,

25 - on combine lesdits premier et troisième signaux dans un étage correcteur pour délivrer une deuxième information strictement indicative du changement d'état du milieu, ces deux informations étant utilisées pour déterminer le moment où se produit le changement d'état du milieu.

30 L'invention est donc aussi relative à un dispositif de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié comprenant:

- une première sonde alimentée, par l'intermédiaire d'un premier générateur, par un courant continu et constant et
35 une première unité de mesure de la tension connectée d'une

part, aux bornes de la première sonde et d'autre part, à une unité de traitement électro-informatique et

- une deuxième sonde alimentée, par l'intermédiaire d'un deuxième générateur, par un courant continu et constant
- 5 et une deuxième unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de la deuxième sonde et d'autre part, à ladite unité de traitement électro-informatique, caractérisé en ce qu'il comprend de plus une troisième sonde alimentée, par l'intermédiaire d'un troisième générateur, par un courant
- 10 alternatif basse fréquence redressé et une troisième unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de ladite troisième sonde et d'autre part, à ladite unité de traitement électro-informatique, ladite unité de traitement combinant respectivement les signaux issus des deuxième et
- 15 troisième sondes avec celui délivré par la première sonde dans un étage correcteur, pour déterminer le moment du changement d'état du milieu.

- Comme indiqué précédemment, il est avantageux d'alimenter la deuxième sonde, qui délivre un signal indicatif de sa température, non pas par un courant continu constant,
- 20 mais par un courant alternatif haute fréquence.

Ainsi, l'invention est aussi relative à une méthode de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié selon laquelle:

- on mesure la température du milieu au moyen d'une
- 25 première sonde, alimentée en courant continu constant, et délivrant un premier signal indicatif de la température de ce milieu,
- on apporte de l'énergie sous forme de chaleur au
- 30 milieu au moyen d'une deuxième sonde, qui délivre un deuxième signal indicatif de la température de cette deuxième sonde,
- on combine les deux signaux précités dans un étage correcteur qui corrige le signal délivré par la deuxième sonde en tenant compte du signal délivré par la première sonde pour
- 35 délivrer une première information, strictement indicative du

changement d'état du milieu, caractérisée en ce que ladite deuxième sonde est alimentée par un courant alternatif haute fréquence et en ce que:

5 - on mesure le déphasage entre un courant sinusoïdal basse fréquence redressé, alimentant une troisième sonde et le signal de sortie de ladite troisième sonde, pour délivrer un troisième signal,

10 - on combine lesdits premier et troisième signaux dans un étage correcteur pour délivrer une deuxième information strictement indicative du changement d'état du milieu, ces deux informations étant utilisées pour déterminer le moment où se produit le changement d'état du milieu.

15 L'invention est également relative à un dispositif de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié comprenant:

20 - une première sonde alimentée, par l'intermédiaire d'un premier générateur, par un courant continu et constant et une première unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de la première sonde et d'autre part, à une unité de traitement électro-informatique et

25 - une deuxième sonde alimentée en courant par l'intermédiaire d'un deuxième générateur et une deuxième unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de la deuxième sonde et d'autre part, à ladite unité de traitement électro-informatique, caractérisé en ce que ledit deuxième générateur délivre un courant alternatif haute fréquence et en ce que ledit dispositif comprend de plus une troisième sonde alimentée, par l'intermédiaire d'un troisième générateur, par un courant alternatif basse fréquence redressé et une
30 troisième unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de ladite troisième sonde et d'autre part, à ladite unité de traitement électro-informatique, ladite unité de traitement combinant respectivement les signaux issus des deuxième et troisième sondes avec celui délivré par la

première sonde, dans un étage correcteur, pour déterminer le moment du changement d'état du milieu.

D'autres avantages et caractéristiques de la présente invention apparaîtront à la lecture des exemples de réalisation non limitatifs décrits dans ce qui suit, en
5 référence aux dessins annexés dans lesquels:

La Figure 1 est une vue schématique d'un premier dispositif de détection selon la présente invention.

La Figure 2 représente, pour une demi-période, la
10 courbe (I) d'un exemple de courant sinusoïdal alimentant la sonde selon l'invention ainsi que la courbe (θ) de température, correspondant au signal de réponse de la sonde.

La Figure 3 représente la courbe (R) du retard du signal de réponse de la sonde alimentée par un courant
15 sinusoïdal de fréquence de 25 mHz en fonction du temps ainsi que la courbe (θ_{\max}) de température maximale en fonction du temps, correspondant à ce signal de réponse.

La Figure 4 représente la courbe (R) du retard du signal de réponse d'une sonde alimentée par un courant
20 sinusoïdal de fréquence de 50 mHz en fonction du temps ainsi que la courbe de température maximale (θ_{\max}) en fonction du temps, correspondant à ce signal de réponse.

La Figure 5 représente la courbe (R) de retard du signal de réponse d'une sonde alimentée par un courant
25 sinusoïdal de fréquence de 100 mHz en fonction du temps ainsi que la courbe de température maximale (θ_{\max}) en fonction du temps, correspondant à ce signal de réponse.

La Figure 6 représente une vue schématique d'un deuxième dispositif de détection selon l'invention.

La Figure 7 représente une vue schématique d'un
30 troisième dispositif de détection selon l'invention.

La Figure 8 représente une courbe d'évolution de la température maximale en fonction de l'extrait sec pour une fréquence de 100 mHz.

La Figure 9 représente la courbe d'évolution en fonction du temps du logarithme décimal de la température réduite d'une sonde alimentée par un courant échelon.

La Figure 10 représente une courbe d'évolution de l'extrait sec en fonction de la température d'une sonde alimentée par un courant continu et constant.

Les éléments communs aux différentes figures seront désignés par les mêmes références.

Le dispositif capteur représenté à la Figure 1 comporte une sonde à résistance de platine de 100 ohms à 0°C et 138,5 ohms à 100°C, conditionnée en ampoule de verre, présentant par exemple une longueur de 20 mm, et un diamètre de 2 mm, cette sonde ayant une longueur de chauffe de 14 mm. Le fil de platine de la sonde est alimenté en courant sinusoïdal redressé à partir d'une source de courant. La sonde thermique est donc alimentée avec une intensité sinusoïdale de la forme

$$i(t) = I_{\max} |\sin(\pi N(t))| \text{ avec } I_{\max} = 50 \text{ mA (1)}$$

Cette valeur de I_{\max} correspond à une intensité efficace I_0 de 35 mA. Le courant d'alimentation de la sonde comprend donc une succession d'alternances positives.

Les courbes de réponse illustrées aux Figures 2 à 5 ont été obtenues en utilisant les produits et matériels qui vont être décrits. Dans un becher en inox de 10 ml présentant un diamètre de 20 mm, ont été placés 10 ml d'un lait modèle et 1 ml d'une solution enzymatique modèle, diluée au centième.

Le lait modèle est reconstitué à partir d'une poudre de lait à raison de 100 g/kg, additionnée de 10 ml de chlorure de calcium (solution mère de 0,1 mol/l) et 1 ml de thiomersal (solution mère de 100 g/l) et en utilisant une température de 45° pour diluer la poudre.

La présure modèle est sous la forme d'une solution préparée à partir de présure en poudre dont la composition est la suivante: 4438 mg de chymosine active et 63 mg de pepsine bovine par kg. On a retenu une concentration de 50 mg de

présure en poudre pour 1 kg de lait, soit 0,22 mg de chymosine active. La solution comprend du tampon acétate de sodium 0,05 mol/l (pH d'environ 5,5-5,6) auquel est ajouté 0,1% de sérum albumine bovine. La concentration finale est de 5 % (m/v) de présure. Une sonde thermique est placée dans le becher et elle est alors alimentée par un courant sinusoïdal répondant à l'équation (1) ci-dessus, avec $N=50$ mHz, et généré par le générateur 2. Pour une demi-période, ce signal est illustré par la courbe I de la Figure 2.

La tension aux bornes du fil est mesurée par une unité de mesure 3, à la sortie de laquelle est connectée une unité 4 de traitement électro-informatique. Celle-ci délivre le signal de réponse de la sonde, illustré par la courbe Θ de cette même Figure 2. On constate que cette courbe de réponse, courbe de température, présente une valeur maximale (Θ_{\max}) et un retard (R) par rapport au courant sinusoïdal d'alimentation.

En utilisant les mêmes produits et les mêmes matériels, trois autres essais ont été effectués en alimentant la sonde avec un courant sinusoïdal répondant à l'équation (1) ci-dessus, la fréquence N prenant successivement les valeurs 25 mHz, 50 mHz et enfin 100 mHz, en relevant, pour chaque période, la température maximale (Θ_{\max}) de la sonde et le retard (R) entre la température de la sonde et le courant sinusoïdal d'alimentation. Par l'intermédiaire de l'unité 4 de traitement électro-informatique, ont alors été obtenues les courbes représentées sur les Figures 3, 4 et 5. Les Figures 4 et 5 montrent que, pour des fréquences égales ou supérieures à 50 mHz, le retard (R) entre la température de la sonde et l'intensité n'évolue pas au cours de la coagulation.

La Figure 3 montre que, pour une fréquence de 25 mHz, le signal de retard augmente brusquement avant d'atteindre un plateau. Il est alors possible d'associer le moment où le milieu change d'état au moment (TiR) du point d'inflexion de la courbe de retard de la réponse (R).

En ce qui concerne les courbes de températures maximales représentées sur les Figures 3 à 5, l'analyse des paramètres descriptifs de l'évolution de θ_{\max} au cours du temps montre que ces courbes sont identiques quelle que soit la fréquence.

On peut ainsi se référer au Tableau 1 qui donne les valeurs moyennes ainsi que les coefficients de variation des paramètres ($T_{i\theta}$, A, $P_{i\theta}$), caractéristiques des courbes de températures obtenues pour les trois fréquences, $T_{i\theta}$ étant le temps associé au point d'inflexion de la courbe de température maximale (θ_{\max}), A l'amplitude entre le niveau bas (liquide) et le niveau haut (gel) de la courbe de température maximale (θ_{\max}) et $P_{i\theta}$ étant la pente au point d'inflexion de la courbe (θ_{\max}).

TABLEAU 1

Paramètres	$T_{i\theta}$ (s)	A (°C)	$P_{i\theta}$ (m°C/S)
moyenne	1147	2,660	14,9
CV %	1,0	3,3	10,5

Les valeurs regroupées dans ce tableau montrent que le point d'inflexion n'est pas influencé par la fréquence et qu'il en est de même pour l'amplitude. Le coefficient de variation élevé obtenu pour le paramètre $P_{i\theta}$ est dû au temps de saisie trop important (compris entre 10 et 40 secondes suivant les fréquences), ce qui influe sur la précision.

Ainsi, quelle que soit la fréquence utilisée, la courbe de température maximale correspond à la courbe de température qui serait obtenue avec une sonde alimentée par un courant continu constant.

Le fait d'alimenter une sonde par un courant sinusoïdal à basse fréquence permet d'obtenir une information

sur le moment de la coagulation, lequel est associé au moment (TiR) correspondant au point d'inflexion de la courbe de retard (R).

La Figure 3 montre que l'instant (TiR) lié au point d'inflexion de la courbe de retard (R) se situe avant celui (Ti θ) du point d'inflexion de la courbe de température maximale (θ_{max}). Ceci montre que le temps de floculation visible (Tfv) se situe entre l'instant (TiR) associé au point d'inflexion de la courbe de retard (R) et l'instant (Ti θ) associé au point d'inflexion de la courbe de température.

La détermination de la fréquence optimale est soumise à deux contraintes: avoir un temps de saisie relativement court et donc une fréquence relativement élevée ainsi qu'un déphasage relativement important pour déterminer facilement le point d'inflexion de la courbe de retard (R) et donc une fréquence relativement basse. Les différentes mesures effectuées montrent que cette fréquence optimale est comprise entre 10 et 50 MHz.

Il apparaît alors intéressant d'associer la méthode de détection qui vient d'être décrite à celle du document EP-01444443 qui vient d'être rappelée. Cette deuxième méthode selon l'invention sera décrite en référence à la Figure 6.

La Figure 6 représente un deuxième dispositif de détection de changements d'état selon l'invention comprenant une première sonde 5, à résistance de platine, alimentée par un courant continu et constant, par exemple de 35 mA, par l'intermédiaire d'un premier générateur 6. La tension aux bornes de cette première sonde 5 est mesurée par une unité de mesure 7 dont la sortie est connectée à une unité 4 de traitement électro-informatique. Celle-ci établit la courbe de réponse de la sonde alimentée en courant continu, courbe de température en fonction du temps et peut déterminer le moment (Ti θ) où intervient le point d'inflexion de la courbe de température.

Ce deuxième dispositif comprend de plus une deuxième sonde 1, à résistance de platine, alimentée par un courant sinusoïdal redressé répondant à l'équation (1), avec par exemple $I_{\max} = 50$ mA, par l'intermédiaire d'un deuxième générateur 2. La tension aux bornes de cette deuxième sonde 1 est mesurée, comme dans le premier dispositif selon l'invention, par une unité de mesure 3 dont la sortie est reliée à l'unité 4 de traitement électro-informatique. Comme précédemment, l'unité 4 établit la courbe (R) du retard du signal de réponse de la deuxième sonde alimentée en courant alternatif, ainsi que la courbe (θ_{\max}) de température maximale, correspondant à ce signal de réponse. L'unité 4 peut alors déterminer l'instant (TiR) correspondant au point d'inflexion de la courbe de retard. Elle peut enfin, en fonction des valeurs de $Ti\theta$ et TiR , donner une valeur améliorée du temps de floculation visible (Tfv) et ainsi une information précise sur le moment où se produit le changement d'état du milieu.

L'unité 4 peut également déterminer, à partir de la courbe (θ_{\max}) de température maximale, une valeur de l'instant correspondant au point d'inflexion de la courbe θ_{\max} . Comme nous l'avons vu précédemment, cette information n'est pas directement exploitable mais peut être utilisée concurremment avec celle obtenue par l'analyse de la courbe de température (θ) de la première sonde 5 alimentée en courant continu.

On peut également envisager d'alimenter la première sonde 5 par un courant alternatif haute fréquence. Ce courant peut par exemple être choisi de façon à ce que l'intensité efficace soit de 35 mA. Ceci est très avantageux car on obtient ainsi un filtrage discriminatoire assurant une plus grande précision dans la mesure de la température du fil. Ceci permet aussi de simplifier le traitement du signal délivré par cette première sonde 5, traitement effectué par l'unité 4. Le dispositif selon l'invention correspondant est semblable au

deuxième dispositif décrit en référence à la Figure 6, la principale différence concerne le premier générateur 6 qui doit pouvoir délivrer un courant alternatif haute fréquence.

On choisit de préférence une fréquence supérieure à
5 200 mHz.

Comme cela a été exposé précédemment, il est parfois nécessaire de s'affranchir des perturbations apportées par la variation de la température du milieu, notamment lorsque la condition d'isothermie n'est pas réalisée ou dans le cas de
10 gélification ou de coagulation associée à une variation de température. C'est pourquoi l'invention est relative à une troisième méthode de détection des changements d'état qui va être décrite en référence à la Figure 7.

Le troisième dispositif de détection représenté à la
15 Figure 7 comprend, en sus du deuxième dispositif de détection selon l'invention, une autre sonde 10 alimentée, par l'intermédiaire d'un autre générateur, par un courant continu constant, par exemple de 1 mA. Cette sonde est constituée par une sonde à résistance de platine. La tension aux bornes de
20 cette sonde est mesurée par une unité de mesure 9 dont la sortie est connectée à l'unité 4 de traitement électro-informatique.

Ainsi, l'unité 4 détermine:

- le signal de réponse de la première sonde 10 qui est
25 alimentée par un courant continu, ce signal étant indicatif de la température du milieu,
- le signal de réponse de la deuxième sonde 5, qui est alimentée par un courant continu, ce signal étant indicatif de la température de cette sonde, et
- 30 - le signal de déphasage entre le courant sinusoïdal basse fréquence redressé, alimentant une troisième sonde et le signal de sortie de ladite sonde.

L'unité combine ces trois signaux dans un étage correcteur, lequel corrige les signaux de réponse des deuxième
35 et troisième sondes 5 et 1, en tenant compte du signal délivré

par la première sonde pour délivrer une valeur améliorée du Tfv qui soit strictement indicative du changement d'état du milieu.

5 Comme précédemment, on peut envisager d'alimenter la sonde alimentée en courant continu et qui délivre un signal indicatif de la température de cette sonde, c'est-à-dire ici la deuxième sonde 5, par un courant alternatif haute fréquence. Ceci entraîne les avantages qui ont été décrits dans le cadre du deuxième dispositif.

10 Le dispositif selon l'invention est dans ce cas encore, semblable au troisième dispositif décrit en référence à la Figure 7, la différence entre ces deux dispositifs concerne le générateur 6 qui doit pouvoir délivrer un courant alternatif haute fréquence. Cette fréquence est, de
15 préférence, supérieure à 200 MHz.

Le troisième dispositif qui vient d'être décrit en référence à la Figure 7, présente un intérêt particulier pour la détermination de l'extrait sec d'un lait.

On sait que l'extrait sec d'un lait est en moyenne de
20 12,5%. Les industriels laitiers souhaitent disposer d'un appareil automatique qui leur permette de déterminer de façon précise l'extrait sec d'un lait quelconque pour détecter les laits "anormaux", c'est-à-dire dont l'extrait est, soit inférieur à la valeur moyenne de 12,5% (lait mouillé), soit
25 supérieur à celle-ci (dans le cas par exemple de lait infecté). Les fromagers souhaitent aussi standardiser les laits de façon à obtenir un pourcentage constant de matière grasse de l'extrait sec d'un type donné de fromage. La détermination de l'extrait sec de lait permet alors d'ajuster celui-ci en
30 fonction du résultat final souhaité dans le fromage.

Le dispositif décrit en référence à la Figure 7 permet d'obtenir quatre informations sur l'extrait sec du lait testé en effectuant quatre étalonnages différents à partir de lait écrémé en procédant de la façon suivante.

La sonde 10 est alimentée par un courant constant de 1 mA et délivre un signal donnant la température θ_M du milieu.

La sonde 1 est alimentée en un courant alternatif basse fréquence.

5 L'unité 4 détermine la courbe (R) de retard et la courbe (θ_{max}) de température maximale et tient compte du signal θ_M délivré par la sonde 10 pour délivrer des informations strictement indicatives de la composition du milieu.

10 Un étalonnage est effectué entre l'extrait sec et la température maximale θ_{Max} , corrigée par la température du milieu θ_M , pour une fréquence déterminée. Un exemple d'étalonnage est indiqué à la Figure 8 pour une fréquence de 100 MHz. L'étalonnage peut être réalisé pour d'autres
15 fréquences.

On peut de même effectuer un étalonnage entre l'extrait sec et la courbe de retard (R) pour une basse fréquence.

20 La sonde 5 est alimentée par un courant continu d'une valeur de 1 mA pendant un intervalle de temps donné, le courant passant alors brusquement à une valeur de 35 mA. On désigne par θ_F la température de la sonde lorsqu'elle est alimentée par un courant de 35 mA.

On désigne par θ_R , la température réduite de la
25 sonde qui s'exprime sous la forme:

$$\theta_R = \frac{(\theta_F - \theta)}{(\theta_F - \theta_M)}$$

30 En référence à la Figure 9, l'évolution du logarithme décimal de la température réduite (θ_R) fait apparaître quatre parties distinctes.

La première portion de la courbe correspond à la première partie de l'essai où la sonde est alimentée par un courant de 1 mA. θ vaut en moyenne θ_M , θ_R est très
35 proche de 1, et a un logarithme décimal nul. Lors de

l'alimentation de la sonde par une intensité de 35 mA, (mise en route réelle de la sonde), le flux de chaleur fourni par effet Joule (RtI^2) se dissipe d'abord dans la sonde (fil de platine et corps cylindrique en verre) provoquant sa montée en température. Cette dissipation est due au fait que la sonde possède une certaine chaleur massique, elle n'échange pas encore avec le milieu environnant. Ce phénomène, qui correspond à la seconde portion de la courbe, est inférieur à 13 s. Il apparaît ensuite un gradient sonde-lait qui a pour effet de stimuler un échange conductif entre ces deux derniers. Le flux total se divise entre la sonde et le lait. La température de la sonde augmentant, la proportion de flux fourni au lait s'accroît, ce qui a pour effet de ralentir la montée en température de la sonde. Ceci se traduit par un brusque changement de pente, qui correspond au début de la troisième portion de la courbe. Ainsi, le film de lait près de la sonde subit un accroissement de sa température donc une diminution de sa masse volumique et il se trouve soumis à une force ascendante. Il apparaît alors un régime de convection libre. C'est la fin de la troisième portion de la courbe. Enfin, la température de la sonde se stabilise autour de F et R oscille autour d'une valeur faible. C'est la quatrième et dernière portion de la courbe, où l'échange de chaleur par convection libre est stationnaire.

La pente de la troisième portion de la courbe peut être reliée à la conductivité du milieu environnant. Il existe une corrélation entre la conductivité thermique et l'extrait sec. On peut à ce propos se référer à l'Article de ANTONINI et al. intitulé "Sonde de mesure in situ de la conductivité thermique dans les suspensions solide/liquide concentrées" paru dans la Revue Générale de Thermique n° 279, Mars 1985, pp. 247 à 251. Il suffit alors d'étalonner les valeurs des pentes avec les extraits secs des produits.

Lorsque la sonde 5 est alimentée par un courant continu et constant de 35 mA en phase stationnaire, il est

également possible d'effectuer un étalonnage entre le signal de température ($\Delta\theta$) délivré par l'unité 4, qui a été corrigé par le signal θ_M délivré par la sonde 10, et la valeur de l'extrait sec. La Figure 10 illustre un exemple
5 d'étalonnage à partir d'un échantillon comportant 0 à 300g/l de poudre de lait écrémé.

On peut donc ainsi, grâce au dispositif décrit en référence à la Figure 7, obtenir une valeur de l'extrait sec à partir de quatre valeurs obtenues par des étalonnages
10 effectués différemment.

Les signes de référence insérés après les caractéristiques techniques énoncées dans les revendications, ont pour seul but de faciliter la compréhension de ces dernières et ne peuvent avoir en aucun cas pour effet de
15 limiter l'invention aux modes particuliers de réalisation qui viennent d'être décrits.

REVENDICATIONS

1. Méthode de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié selon laquelle on mesure le déphasage entre un courant sinusoïdal basse fréquence redressé alimentant une sonde de résistance placée dans le milieu et le signal de sortie de ladite sonde pour délivrer une information indicative du changement d'état du milieu.
2. Méthode de détection selon la revendication 1, caractérisée en ce que la fréquence du courant sinusoïdal d'alimentation de la sonde (1) est comprise entre 10 et 50 mHz.
3. Dispositif de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié comprenant une sonde (1) alimentée, par l'intermédiaire d'un générateur (2), par un courant sinusoïdal basse fréquence redressé et une unité (3) de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de la sonde (1) et d'autre part, à une unité (4) de traitement électro-informatique.
4. Dispositif de détection selon la revendication 3, caractérisé en ce que la sonde (1) est une sonde à résistance de platine.
5. Dispositif de détection selon l'une des revendications 3 ou 4, caractérisé en ce que la fréquence du courant sinusoïdal généré par le générateur (2) est comprise entre 10 et 50 mHz.
6. Méthode de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié selon laquelle on apporte de l'énergie sous forme de chaleur au moyen d'une première sonde, alimentée par un courant continu et constant et qui délivre un signal indicatif de la température de cette première sonde, ce signal fournissant une première information indicative du changement d'état du milieu, caractérisée en ce qu'on mesure le déphasage entre un courant sinusoïdal basse fréquence redressé alimentant une deuxième sonde (1) et le signal de sortie de ladite deuxième sonde (1) pour délivrer une deuxième

information indicative du changement d'état du milieu, ces deux informations étant utilisées pour déterminer le moment où se produit le changement d'état du milieu.

5 7. Méthode de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié selon laquelle on apporte de l'énergie sous forme de chaleur au moyen d'une première sonde qui délivre un signal indicatif de la température de cette première sonde, ce signal fournissant une première information
10 indicative du changement d'état du milieu, caractérisée en ce que ladite première sonde est alimentée par un courant alternatif haute fréquence et en ce qu'on mesure le déphasage entre un courant sinusoïdal basse fréquence redressé alimentant une deuxième sonde (1) et le signal de sortie de la deuxième sonde (1) pour délivrer une deuxième information
15 indicative du changement d'état du milieu, ces deux informations étant utilisées pour déterminer le moment où se produit le changement d'état du milieu.

8. Méthode de détection selon la revendication 7, caractérisée en ce que la fréquence du courant sinusoïdal
20 alimentant la première sonde (5) est supérieure à 200 mHz.

9. Méthode de détection selon l'une des revendications 6 à 8, caractérisée en ce que la fréquence du courant sinusoïdal alimentant la deuxième sonde (1) est comprise entre 10 et 50 mHz.

25 10. Dispositif de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié comprenant une première sonde (5) alimentée, par l'intermédiaire d'un premier générateur, par un courant continu et constant et une première unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de la
30 première sonde et d'autre part, aux bornes d'une unité de traitement électro-informatique, caractérisé en ce qu'il comprend de plus une deuxième sonde (1) alimentée, par l'intermédiaire d'un deuxième générateur (2), par un courant alternatif basse fréquence redressé et une deuxième unité (3)
35 de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de

ladite deuxième sonde (1) et d'autre part, à ladite unité (4) de traitement électro-informatique.

11. Dispositif de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié comprenant une première sonde (5) alimentée en courant par l'intermédiaire d'un premier générateur, et une première unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de la première sonde et d'autre part, aux bornes d'une unité de traitement informatique, caractérisé en ce que ledit premier générateur (6) délivre un courant alternatif haute fréquence et en ce que ledit dispositif comprend de plus une deuxième sonde (1) alimentée, par l'intermédiaire d'un deuxième générateur (2), par un courant alternatif basse fréquence redressé et une deuxième unité (3) de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de ladite deuxième sonde (1) et d'autre part, à ladite unité (4) de traitement électro-informatique.

12. Dispositif de détection selon la revendication 11, caractérisé en ce que le premier générateur (6) délivre un courant de fréquence supérieure à 200 MHz.

13. Dispositif de détection selon l'une des revendications 10 à 12, caractérisé en ce que les deux sondes (1, 5) sont des sondes à résistance de platine.

14. Dispositif de détection selon l'une des revendications 10 à 13, caractérisé en ce que ledit deuxième générateur (2) délivre un courant de fréquence comprise entre 10 et 50 MHz.

15. Méthode de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié selon laquelle:

- on mesure la température du milieu au moyen d'une première sonde, alimentée en courant continu constant, et délivrant un premier signal indicatif de la température de ce milieu,

- on apporte de l'énergie sous forme de chaleur au milieu au moyen d'une deuxième sonde, alimentée par un courant

continu et constant et qui délivre un deuxième signal indicatif de la température de cette deuxième sonde,

5 - on combine les deux signaux précités dans un étage correcteur qui corrige le signal délivré par la deuxième sonde en tenant compte du signal délivré par la première sonde pour délivrer une première information, strictement indicative du changement d'état du milieu, caractérisée en ce que:

10 - on mesure le déphasage entre un courant sinusoïdal basse fréquence redressé, alimentant une troisième sonde (1) et le signal de sortie de ladite sonde, pour délivrer un troisième signal,

15 - on combine lesdits premier et troisième signaux dans un étage correcteur pour délivrer une deuxième information strictement indicative du changement d'état du milieu, ces deux informations étant utilisées pour déterminer le moment où se produit le changement d'état du milieu.

16. Méthode de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié selon laquelle:

20 - on mesure la température du milieu au moyen d'une première sonde, alimentée en courant continu constant, et délivrant un premier signal indicatif de la température de ce milieu,

25 - on apporte de l'énergie sous forme de chaleur au milieu au moyen d'une deuxième sonde, qui délivre un deuxième signal indicatif de la température de cette deuxième sonde,

30 - on combine les deux signaux précités dans un étage correcteur qui corrige le signal délivré par la deuxième sonde en tenant compte du signal délivré par la première sonde pour délivrer une première information, strictement indicative du changement d'état du milieu, caractérisée en ce que ladite deuxième sonde (5) est alimentée par un courant alternatif haute fréquence et en ce que:

 - on mesure le déphasage entre un courant sinusoïdal basse fréquence redressé, alimentant une troisième sonde (1)

et le signal de sortie de ladite troisième sonde, pour délivrer un troisième signal,

- on combine lesdits premier et troisième signaux dans un étage correcteur pour délivrer une deuxième information strictement indicative du changement d'état du milieu, ces deux informations étant utilisées pour déterminer le moment où se produit le changement d'état du milieu.

17. Méthode de détection selon la revendication 16, caractérisée en ce que la fréquence du courant alimentant ladite deuxième sonde (5) est supérieure à 200 mHz.

18. Méthode de détection selon l'une des revendications 15 à 17, caractérisée en ce que la fréquence du courant d'alimentation de ladite troisième sonde (1) est comprise entre 10 et 50 mHz.

19. Dispositif de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié comprenant:

- une première sonde alimentée, par l'intermédiaire d'un premier générateur, par un courant continu et constant et une première unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de la première sonde et d'autre part, à une unité de traitement électro-informatique et

- une deuxième sonde alimentée, par l'intermédiaire d'un deuxième générateur, par un courant continu et constant et une deuxième unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de la deuxième sonde et d'autre part, à ladite unité de traitement électro-informatique, caractérisé en ce qu'il comprend de plus une troisième sonde (1) alimentée, par l'intermédiaire d'un troisième générateur (2), par un courant alternatif basse fréquence redressé et une troisième unité (3) de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de ladite troisième sonde (1) et d'autre part, à ladite unité (4) de traitement électro-informatique, ladite unité (4) de traitement combinant respectivement les signaux issus des deuxième et troisièmes sondes (5, 1) avec celui délivré par la première sonde (10), dans un étage

correcteur, pour déterminer le moment du changement d'état du milieu.

20. Dispositif de détection des changements d'état d'un milieu liquide ou gélifié comprenant:

- 5 - une première sonde alimentée, par l'intermédiaire d'un premier générateur, par un courant continu et constant et une première unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de la première sonde et d'autre part, à une unité de traitement électro-informatique, et
- 10 - une deuxième sonde alimentée en courant par l'intermédiaire d'un deuxième générateur et une deuxième unité de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de la deuxième sonde et d'autre part, à ladite unité de traitement électro-informatique, caractérisé en ce que ledit deuxième
- 15 générateur (6) délivre un courant alternatif haute fréquence et en ce que ledit dispositif comprend de plus une troisième sonde (1) alimentée, par l'intermédiaire d'un troisième
- 20 générateur (2), par un courant alternatif basse fréquence redressé et une troisième unité (3) de mesure de la tension connectée d'une part, aux bornes de ladite troisième sonde (1) et d'autre part, à ladite unité (4) de traitement électro-
- 25 informatique, ladite unité (4) de traitement combinant respectivement les signaux issus des deuxième et troisième sonde (5, 1) avec celui délivré par la première sonde (10), dans un étage correcteur, pour déterminer le moment du
- changement d'état du milieu.

21. Dispositif de détection selon la revendication 20, caractérisé en ce que le deuxième générateur (6) délivre un courant de fréquence supérieure à 200 mHz.

30 22. Dispositif selon l'une des revendications 19 à 21, caractérisé en ce que les sondes (10, 5, 1) sont des sondes à résistance de platine.

23. Dispositif selon l'une des revendications 19 à 22, caractérisé en ce que la fréquence du courant alternatif

délivré par le troisième générateur (3) est comprise entre 10 et 50 mHz.

24. Application selon la méthode selon l'une des revendications 15 à 18 et du dispositif selon l'une des
5 revendications 19 à 23 à la détermination de l'extrait sec d'un lait avant emprésurage.

1/5

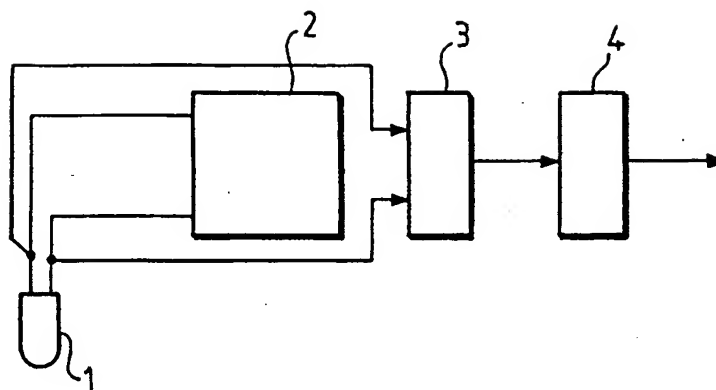


FIG. 1

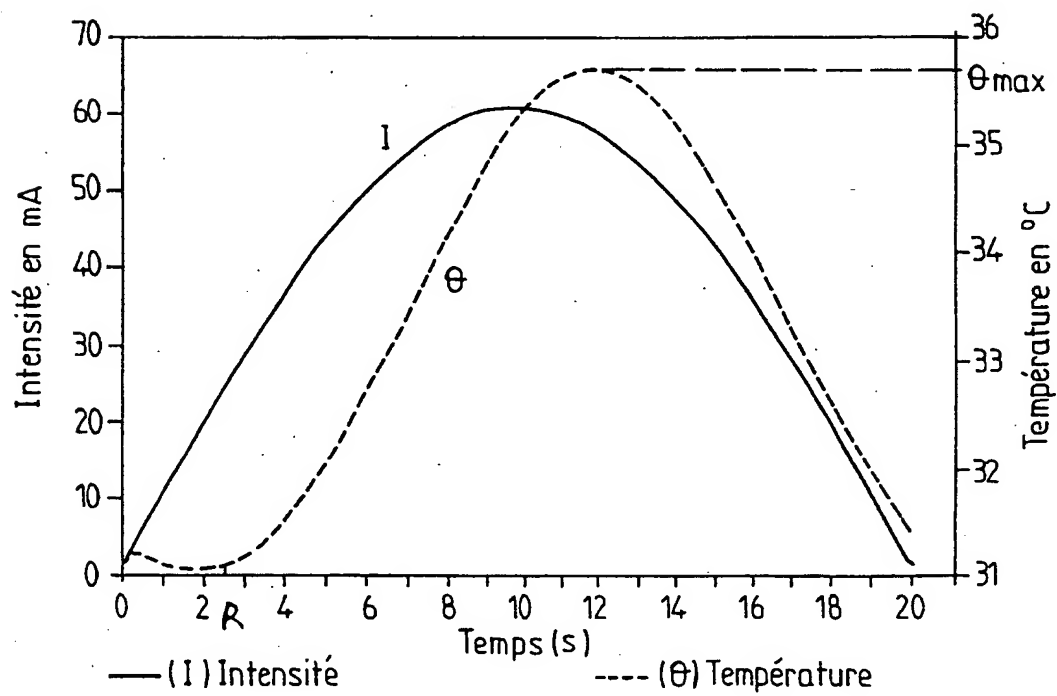


FIG. 2

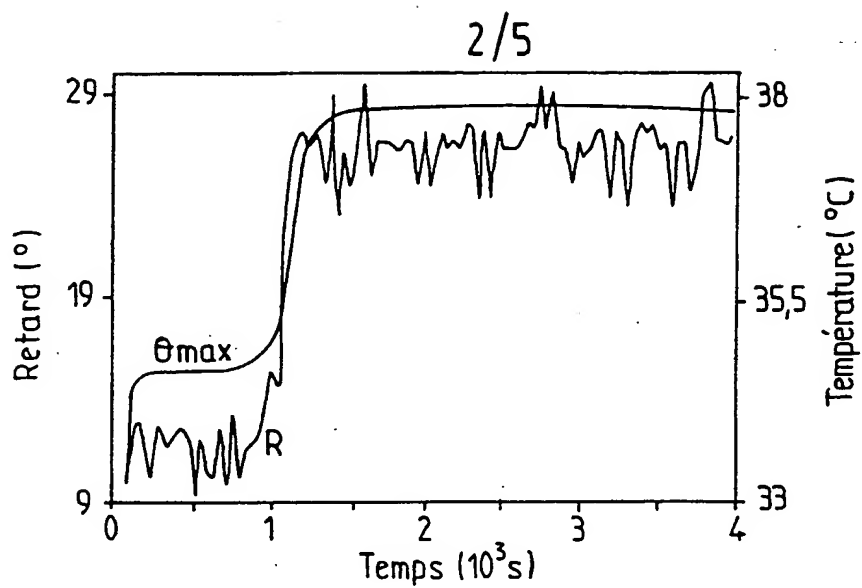


FIG. 3

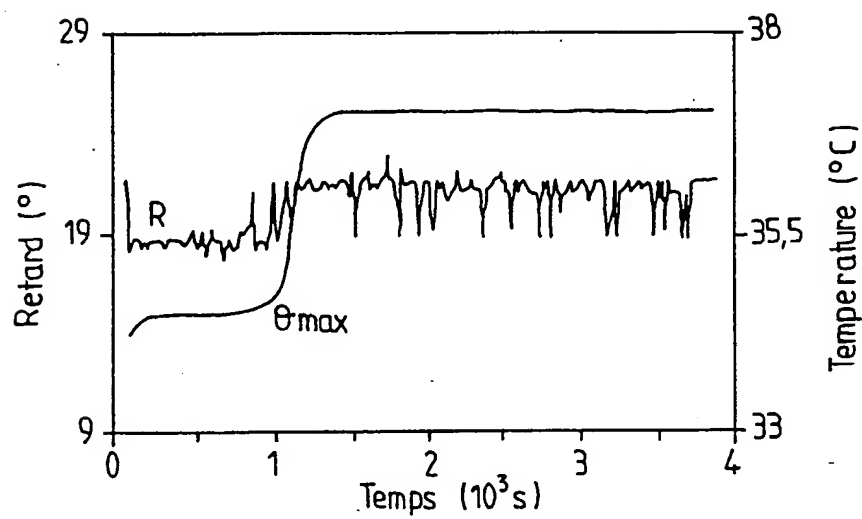


FIG. 4

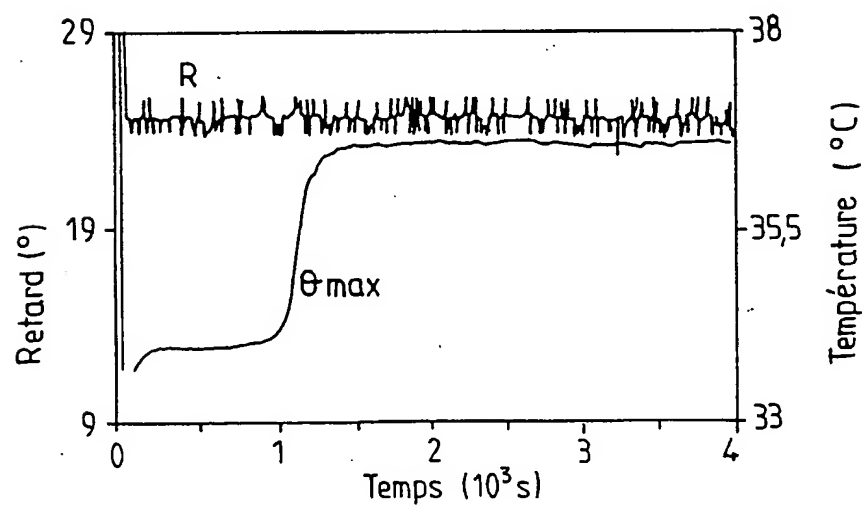
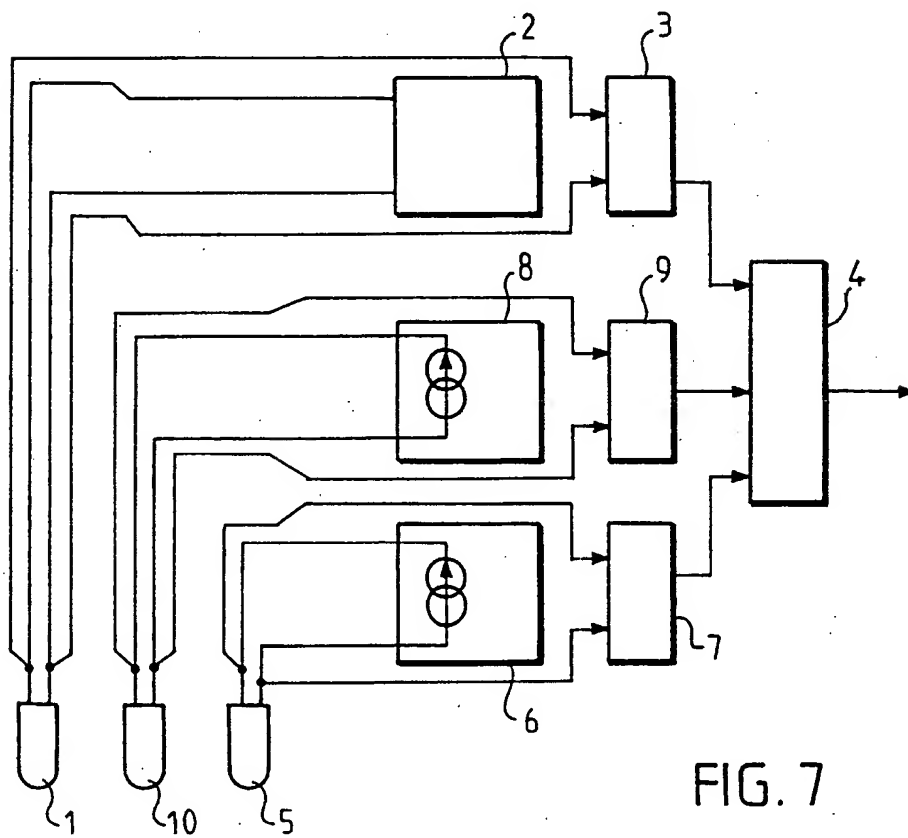
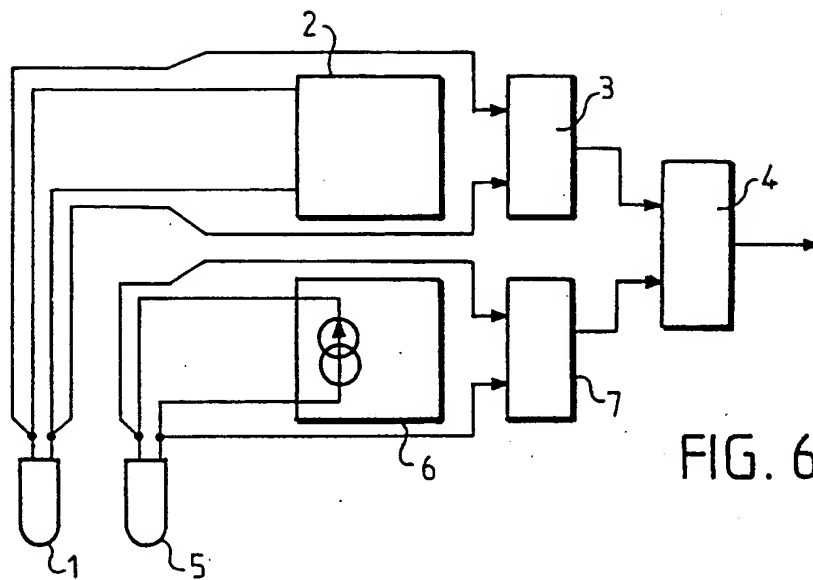


FIG. 5

3/5



4/5

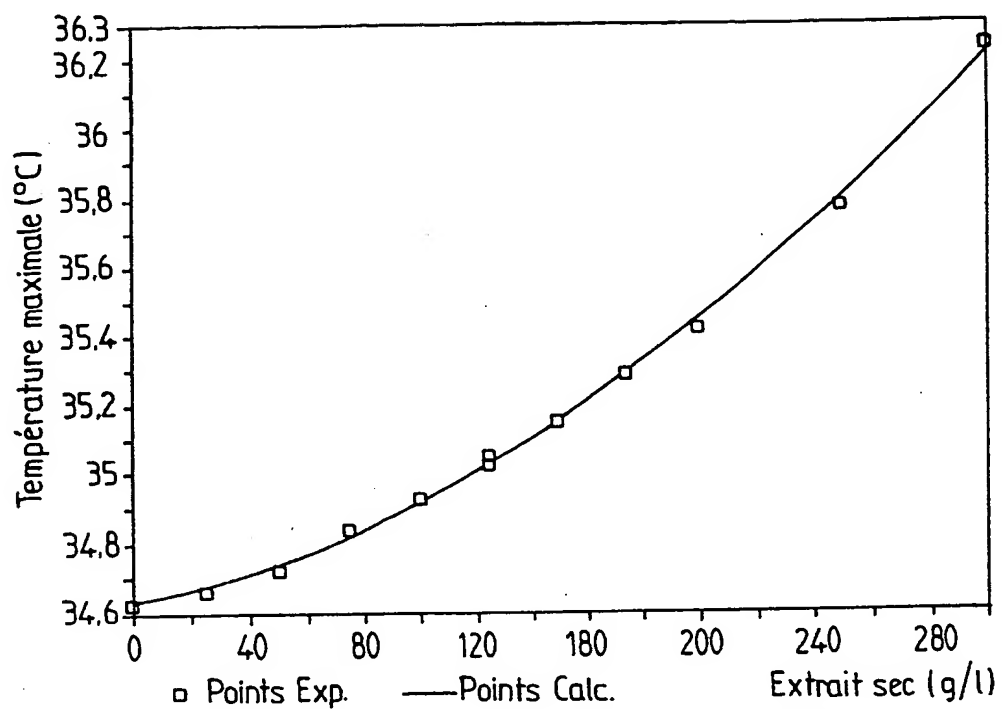


FIG. 8

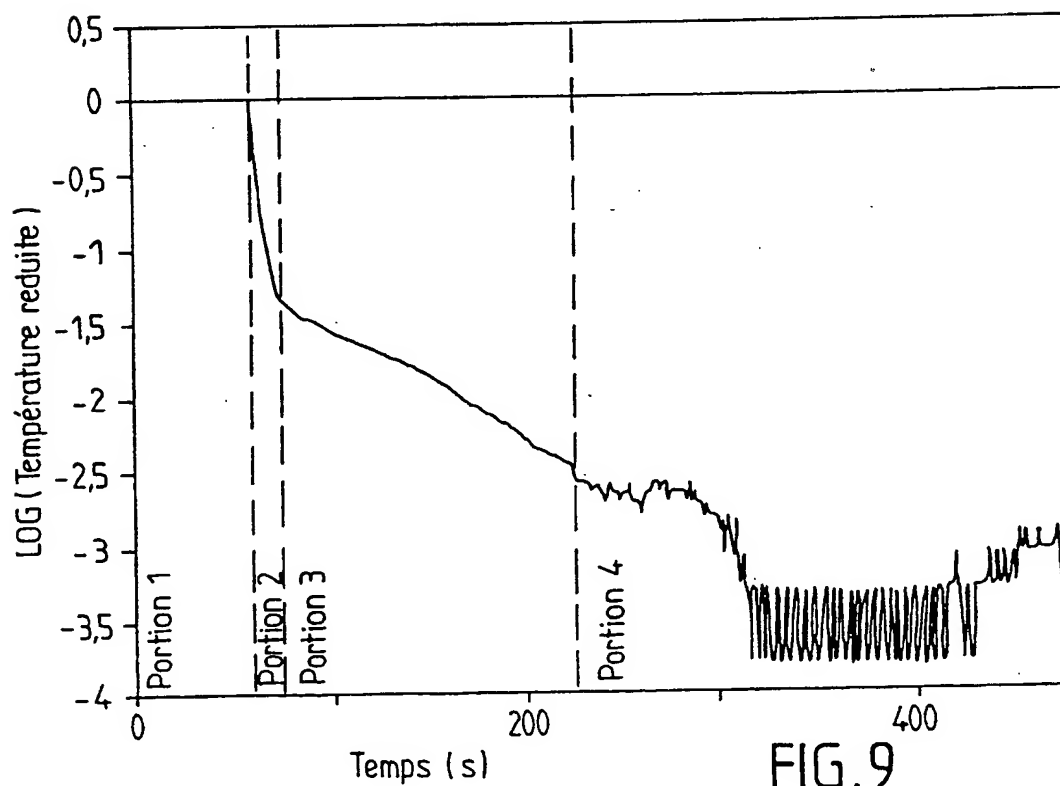


FIG. 9

5/5

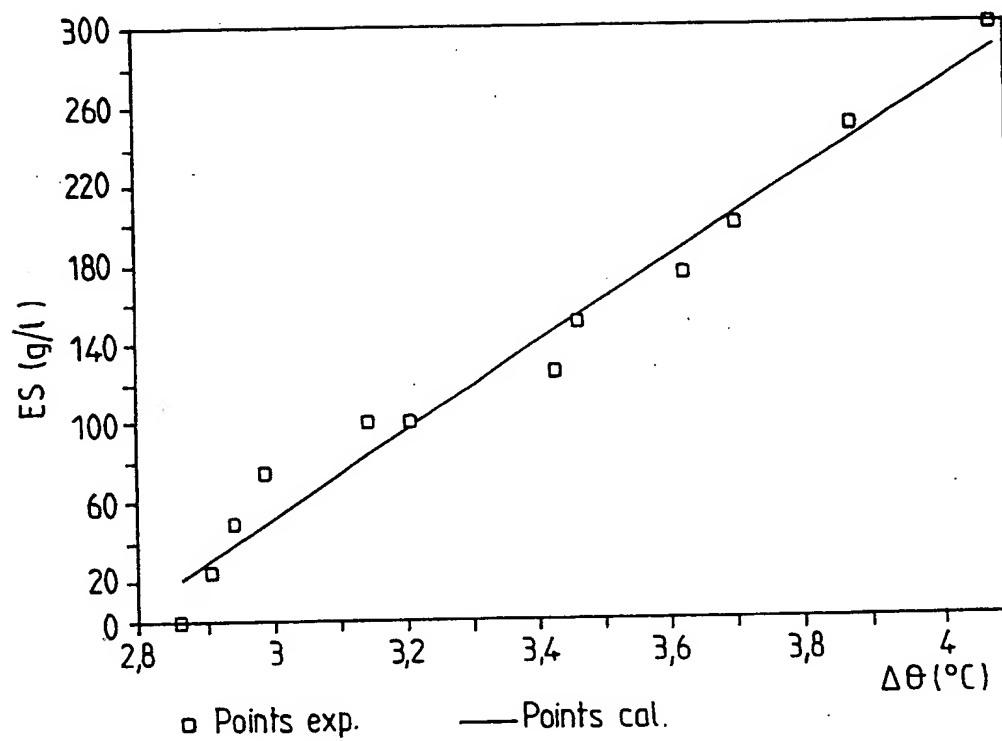


FIG.10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/FR 91/00744

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (If several classification symbols apply, indicate all) *		
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC		
Int.Cl. ⁵ G 01 N 27/18		
II. FIELDS SEARCHED		
Minimum Documentation Searched ⁷		
Classification System	Classification Symbols	
Int.Cl. ⁵	G 01 N	
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched *		
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT *		
Category *	Citation of Document, ¹¹ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹²	Relevant to Claim No. ¹³
A	EP, A, 0144443 (SNOW BRAND MILK PRODUCTS) 19 June 1985, see abstract; page 4, line 26 - page 5, line 6; claims 1,2 (cited in the application) ---	1,3,4
A	Derwent WPIL, AN-88-344171/48, Derwent Publica- tions Ltd. (Londres, GB) & SE, A, 8700710 (SATTCONTROL) 21 August 1988, see abstract ---	1,8
A	DE, A, 1949559 (NATIONAL RESEARCH DEVELOPMENT CORP.) 15 April 1971, see page 23, paragraph 2; claim 1; figure 5 ---	1
A	CA, A, 1017002 (SED SYSTEMS LTD) 6 September 1977, see claim 1; figures 1,2 -----	1,2
<p>* Special categories of cited documents: ¹⁰</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>		
IV. CERTIFICATION		
Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of this International Search Report	
3 January 1992 (03.01.92)	5 February 1992 (05.02.92)	
International Searching Authority	Signature of Authorized Officer	
European Patent Office		

**ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT
ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.**

FR 9100744
SA 51725

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 30/01/92.
The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A- 0144443	19-06-85	JP-A- 59217162	07-12-84
		DE-T- 3490255	15-05-85
		WO-A- 8404813	06-12-84
		US-A- 4611928	16-09-86
DE-A- 1949559	15-04-71	FR-A- 2061906	25-06-71
		NL-A- 6915152	13-04-71
CA-A- 1017002	06-09-77	CA-A- 1017001	06-09-77
		GB-A- 1525742	20-09-78
		US-A- 4010715	08-03-77

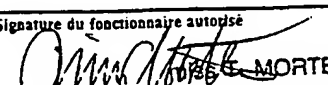
EPO FORM 1009

For more details about this annex : see Official Journal of the European Patent Office, No. 12/82

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/FR 91/00744

I. CLASSEMENT DE L'INVENTION (si plusieurs symboles de classification sont applicables, les indiquer tous) ⁷		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB Int.C1.5 G 01 N 27/18		
II. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE		
Documentation minimale consultée ⁸		
Système de classification	Symboles de classification	
Int.C1.5	G 01 N	
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où de tels documents font partie des domaines sur lesquels la recherche a porté ⁹		
III. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS ¹⁰		
Catégorie °	Identification des documents cités, avec indication, si nécessaire, ¹² des passages pertinents ¹³	No. des revendications visées ¹⁴
A	EP,A 1144443 (SNOW BRAND MILK PRODUCTS) 19 juin 1985, voir l'abrégé; page 4, ligne 26 - page 5, ligne 6; revendications 1,2 (cité dans la demande) ---	1,3,4
A	Derwent WPIL, AN-88-344171/48, Derwent Publications Ltd, (Londres, GB) & SE, A, 8700710 (SATCONTROL) 21 août 1988, voir l'abrégé ---	1,8
A	DE,A,1949559 (NATIONAL RESEARCH DEVELOPMENT CORP.) 15 avril 1971, voir page 23, paragraphe 2; revendication 1; figure 5 ---	1
A	CA,A,1017002 (SED SYSTEMS LTD) 6 septembre 1977, voir revendication 1; figures 1,2 -----	1,2
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>° Catégories spéciales de documents cités:¹¹</p> <p>"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</p> <p>"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date</p> <p>"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)</p> <p>"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens</p> <p>"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>"T" document ultérieur publié postérieurement à la date de dépôt international ou à la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention</p> <p>"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive</p> <p>"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier.</p> <p>"&" document qui fait partie de la même famille de brevets</p> </div> </div>		
IV. CERTIFICATION		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
03-01-1992		05. 02. 92
Administration chargée de la recherche internationale		Signature du fonctionnaire autorisé
OFFICE EUROPEEN DES BREVETS		 MORTENSEN

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE
RELATIF A LA DEMANDE INTERNATIONALE NO.**

FR 9100744
SA 51725

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche internationale visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 30/01/92
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP-A- 0144443	19-06-85	JP-A- 59217162	07-12-84
		DE-T- 3490255	15-05-85
		WO-A- 8404813	06-12-84
		US-A- 4611928	16-09-86
DE-A- 1949559	15-04-71	FR-A- 2061906	25-06-71
		NL-A- 6915152	13-04-71
CA-A- 1017002	06-09-77	CA-A- 1017001	06-09-77
		GB-A- 1525742	20-09-78
		US-A- 4010715	08-03-77

EPO FORM P042

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)